

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-040217

(43)Date of publication of application : 08.02.2000

(51)Int.Cl.

G11B 5/70

(21)Application number : 10-203984

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 17.07.1998

(72)Inventor : SASAKI KENJI
ENDO KATSUMI
ISHII TAKASHI

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coating type magnetic recording medium which can realize a high-density recording.

SOLUTION: This magnetic recording medium is produced by forming a base layer on a supporting body and forming an upper magnetic layer comprising a ferromagnetic powder and a nonmagnetic powder dispersed in a binder on the base layer. In this medium, the thickness of the upper magnetic layer is $\leq 0.2 \mu\text{m}$, and the product of the residual magnetic flux density of the upper magnetic layer and the thickness of the upper magnetic layer is 0.005 to 0.045 T μm . The coercive force of the upper magnetic layer is 170 to 280 kA/m. The ferromagnetic powder has 0.01 to 0.12 μm average particle size. As for the nonmagnetic powder, a powder having an average particle size of $\geq 1/10$ of the thickness of the upper magnetic layer and $\leq 0.1 \mu\text{m}$ is used.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.01.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3046579

[Date of registration] 17.03.2000

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

30.07.2001

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] In the magnetic-recording medium which prepared the lower layer on the base material and prepared on it the upper magnetic layer which makes it come to distribute ferromagnetic powder and nonmagnetic powder in a binder The product of the residual magnetic flux density of 0.2 micrometers or less and this upper magnetic layer, and the thickness of this upper magnetic layer for the thickness of the above-mentioned upper magnetic layer 0.005-0.045Tmum, The magnetic-recording medium carry out coercive force of this upper magnetic layer in 170-280kA/m, and mean particle diameter is 1/10 or more [of the thickness of the above-mentioned upper magnetic layer] as the above-mentioned nonmagnetic powder, using that whose mean particle diameter is 0.01-0.12 micrometers as the above-mentioned ferromagnetic powder, and using the thing 0.1 micrometers or less.

[Claim 2] The magnetic-recording medium according to claim 1 by which magnetic-recording information is reproduced by the reproducing head using a magneto-resistive effect mold component.

[Claim 3] The magnetic-recording medium according to claim 1 or 2 whose above-mentioned ferromagnetic powder is the iron system ferromagnetism metal powder containing cobalt and whose cobalt / iron are 20 to 40 atom %s.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the magnetic-recording medium suitable for high density record.

[0002]

[Description of the Prior Art] The magnetic recorder and reproducing device requires much more high recording density-ization with large-capacity-izing, fast-transmission-izing, and a miniaturization. Since it corresponds to this, by the magnetic-recording medium, the attempt which raises recording density by a raise in coercive force, thin-film-izing, and high smoothing has accomplished. However, the densification by such attempt has reached the limitation mostly.

[0003] On the other hand, in the magnetic recorder and reproducing device side, it reproduces by the magneto-resistive effect mold head instead of the conventional induction type magnetic head, and the attempt which raises playback sensibility is performed. Since an output is decided by the amount of magnetic flux included in a head, a magneto-resistive effect mold head has the description that output sufficient in the small amount of magnetic flux is obtained, and it is actually put in practical use in the hard disk drive unit. However, by the metal thin film mold magnetic-recording medium used with the hard disk drive unit, since the boundary of fluctuation and magnetization transition becomes [the sense of magnetization of a magnetic grain] teeth of a saw-like by the interaction between particles in a flux reversal part and a modulation noise occurs owing to it when RF record is carried out, there is a limitation in improvement in track recording density. On the other hand, by the spreading mold magnetic-recording medium which made the binder distribute magnetic powder, since a magnetic domain with a magnetic single powder piece piece is formed and magnetic powder is separated by the binder, the interaction between particles is small and it is hard to generate the above-mentioned modulation noise. Moreover, since a magneto-resistive effect mold head has high playback sensibility, it may be able to perform high density record playback by a magnetic-recording medium with the small amount of

residual magnetization, i.e., the magnetic-recording medium of a spreading mold.

[0004] The thing of a publication is known by JP,6-342515,A as a technique which reproduces the signal recorded on the magnetic-recording medium of a spreading mold using a magneto-resistive effect mold head. However, a magnetic-recording medium given in this official report is the thing of a monolayer mold, and moreover, since the thickness of a magnetic layer is large, sufficient high recording density which is sufficient for the ability to respond to a current request has not been attained.

[0005]

[Means for Solving the Problem] Therefore, this invention aims at offering the magnetic-recording medium of the spreading mold which can attain high density record.

[0006] the above-mentioned object is attained by this invention persons' making the product and coercive force of thickness, and a residual magnetic flux density and thickness of the upper magnetic layer in the magnetic-recording medium of a multistory spreading mold within the limits of specification, and making into within the limits of specification mean particle diameter of the ferromagnetic powder further contained in the upper magnetic layer, and nonmagnetic powder -- thing knowledge was carried out.

[0007] In the magnetic-recording medium which this invention was made based on the above-mentioned knowledge, prepared the lower layer on the base material, and prepared on it the upper magnetic layer which makes it come to distribute ferromagnetic powder and nonmagnetic powder in a binder The product of the residual magnetic flux density of 0.2 micrometers or less and this upper magnetic layer, and the thickness of this upper magnetic layer for the thickness of the above-mentioned upper magnetic layer 0.005-0.045Tmum, Make coercive force of this upper magnetic layer into 170 - 280 kA/m, and that whose mean particle diameter is 0.01-0.12 micrometers as the above-mentioned ferromagnetic powder is used. And mean particle diameter is 1/10 or more [of the thickness of the above-mentioned upper magnetic layer] as the above-mentioned nonmagnetic powder, and the above-mentioned object is attained by offering the magnetic-recording medium using a thing 0.1 micrometers or less.

[0008]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the desirable operation gestalt of the magnetic-recording medium of this invention is explained. in the magnetic-recording medium of this operation gestalt, on the whole surface of a base material, a lower layer and this lower layer are adjoined, and the upper magnetic layer as the maximum upper layer prepares, respectively -- having -- further -- a base material -- on the other hand, the back coat layer is prepared upwards.

[0009] Ferromagnetic powder and nonmagnetic powder are distributed in a binder, and the upper magnetic layer is formed. And as for the upper magnetic layer, the product (this product is hereafter called Brdelta) of that residual magnetic flux density Br and its thickness delta serves as 0.005-0.03Tmum still more preferably 0.005 to 0.038 Tmum preferably 0.005 to 0.045 Tmum. High density record is attained by combining with this condition and other conditions mentioned later. As for Brdelta, it becomes the scale of the amount of magnetic flux of the upper magnetic layer, 0.045Tmum super-***** and a head field are saturated by this value, and high density record becomes impossible. Especially this is remarkable when reproducing magnetic-recording information by the head (henceforth an MR head) using a magneto-resistive effect mold component. Moreover, the amount of magnetic flux becomes large too much, the effect of an anti-field is large and high density record cannot be performed. On the other hand, by less than 0.005 Tmum, the amount of magnetic flux becomes [the value of Brdelta] small too much, and sufficient playback output is not obtained. Although the value of Brdelta can make the value of Brdelta above-mentioned within the limits by adjusting the value of this delta since it is dependent on the value of thickness delta of the upper magnetic layer, it is necessary to set the value of delta to 0.2 micrometers or less. It is because the effect of an anti-field becomes large and sufficient input-output behavioral characteristics are no longer obtained, in case it is RF record as the value of delta is 0.2 micrometers or more. As for especially the value of delta, it is desirable that it is 0.01-0.15 micrometers 0.01-0.2 micrometers.

Moreover, also depending on the value of the residual magnetic flux density B_r of the upper magnetic layer, the desirable values of B_r of the value of B_{rdelta} are 0.1-0.5T, especially 0.12-0.45T. In addition, the value of B_r is influenced by the packing nature of the ferromagnetic powder in the upper magnetic layer, the packing condition of ferromagnetic powder becomes good for the value of B_r to be the above-mentioned range, and high S/N and high endurance are compatible as a result.

[0010] It is necessary to set the value of B_{rdelta} to 0.005 or more T_{mum} 0.045 or less T_{mum} , using the value of δ as 0.2 micrometers or less in this invention as above-mentioned. However, the problem to which the minimum record bit volume becomes small and S/N falls by this may arise. In order not to produce lowering of this S/N, it is necessary to make the number of the ferromagnetic powder which exists in the minimum record bit volume increase. For this object, the thing of the diameter of a granule and the thing whose mean particle diameter is specifically 0.01-0.12 micrometers are used as ferromagnetic powder in this invention. The mean diameter of ferromagnetic powder becomes difficult [making the number of 0.12 micrometer super-***** and the ferromagnetic powder which exists in the minimum record bit volume increase], and lowering of S/N arises. On the other hand, the dispersibility of ferromagnetic powder cannot fall that the mean particle diameter of ferromagnetic powder is less than 0.01 micrometers, and high power cannot be obtained. Moreover, generating of dispersion in the coercive force distribution resulting from dispersion in the particle shape of ferromagnetic powder, as a result generating of a modulation noise can be prevented by considering as above-mentioned [the mean particle diameter of ferromagnetic powder] within the limits. The desirable mean particle diameter of ferromagnetic powder is 0.02-0.10. In this description, a powdered particle size does not ask ** which is nonmagnetic as this powder is magnetism, but when it is fusiform, major-axis length is meant, and that a powder configuration is needlelike or when it is tabular, it means a plate diameter. Moreover, when spherical, a diameter is meant, and when formless, the die length of the longest part is meant.

[0011] Moreover, in this invention, in order to prevent generating of an anti-field in the flux reversal field used as the hindrance of the improvement in track recording density and to raise recording density, coercive force H_c of the upper magnetic layer is preferably made into 170 - 240 kA/m 170 to 280 kA/m. The improvement in track recording density is advantageous especially when reproducing magnetic-recording information by the MR head which can make the width of recording track small. In order to consider as above-mentioned [the coercive force of the upper magnetic layer] within the limits, what was mentioned above as ferromagnetic powder is used, or the approach of controlling the magnetic field orientation conditions in the case of the upper magnetic layer formation is used.

[0012] As ferromagnetic powder contained in the upper magnetic layer, the ferromagnetic powder and the tabular ferromagnetic powder of needlelike or fusiform can be used, for example. As ferromagnetic powder of needlelike or fusiform, ferromagnetic metal powder, ferromagnetic iron-oxide system powder, etc. which make iron a subject are mentioned. Ferromagnetic hexagonal ferrite powder etc. is mentioned as tabular ferromagnetic powder.

[0013] The iron system ferromagnetism metal powder the amount of [whose] metal is 40 % of the weight or more and whose 40% or more for this metal is iron as ferromagnetic metal powder is mentioned. The thing of a publication etc. is mentioned [column / 3rd / of 42-44 lines / of JP,9-35246,A] as an example of ferromagnetic metal powder. As for the coercive force H_c of this ferromagnetic metal powder, it is [150 - 200 kA/m and saturation magnetization sigmas] desirable that 100 - 170Am² / kg, and a BET specific surface area are 40-70m² / g. As ferromagnetic hexagonal ferrite powder, the minute plate-like barium ferrite powder of a publication is mentioned [column / 4th / of 1-5 lines / of JP,9-35246,A], for example. As for the coercive force H_c of this ferromagnetic hexagonal ferrite powder, it is [135 - 260 kA/m and saturation magnetization sigmas] desirable that 27 - 72Am² / kg, and a BET specific surface area are 30-70m² / g. In this invention, since the thickness of the upper magnetic layer is as small as 0.2 micrometers or less, as for the above-mentioned iron system ferromagnetism metal powder, it is desirable from the viewpoint of the degradation prevention by

oxidization to contain cobalt. It is desirable to contain cobalt so that especially cobalt/iron may become 20 - 40 atom %.

[0014] In the upper magnetic layer, the nonmagnetic powder other than ferromagnetic powder contains as a powder component. Nonmagnetic powder with which the Mohs hardness of alpha-alumina, chrome oxide, etc. consists of powder of seven or more matter as nonmagnetic powder, such as abrasives and carbon black as an antistatic agent, is used. The mean particle diameter is $1/10$ or more [of thickness δ of the upper magnetic layer], and these nonmagnetic powder is 0.1 micrometers or less. When two or more sorts of nonmagnetic powder is used, mean particle diameter of each powder is made into within the limits of the above. When it reproduces that mean particle diameter is 0.1 micrometers or more especially using an MR head, the so-called problem of the thermal asperity which the temperature of an MR head rises, resistance is changed and a noise generates with the sliding heat generated by contact on the projection and head on the front face of a medium arises. On the other hand, the problem of the lowering of the blinding of a head or performance traverse by mean particle diameter being less than [of thickness δ of a magnetic layer] $1/10$ arises. The range where mean particle diameter is desirable is $1/6$ or more [of thickness δ of the upper magnetic layer], and is 0.08 micrometers or less.

[0015] As a binder contained in the upper magnetic layer with the above-mentioned ferromagnetic powder and nonmagnetic powder, the thing of a publication is mentioned [**** / 4th / of 25-32 lines / of JP,9-35246,A], for example. The polyurethane resin, the vinyl chloride system copolymer, and nitrocellulose system resin which have polar groups, such as a sulfate radical, a sulfonate radical, an epoxy group, a hydroxyl group, or a carboxyl base, are suitably used for intramolecular among these. As for the loadings of a binder, it is desirable that it is 5 - 30 weight section to the ferromagnetic powder 100 weight section. It is desirable to use together polyurethane resin and a vinyl chloride system copolymer, and to set both ratio (former/latter) to 20 / 80 - 70/30 especially.

[0016] The engine performance of a magnetic-recording medium can be further raised by making the upper magnetic layer contain curing agents, such as lubricant, such as a fatty acid and fatty acid ester, and an isocyanate system compound, etc. other than an above-mentioned component. The abrasives as nonmagnetic powder mentioned above in these component lists and the desirable loadings of carbon black are as follows to the ferromagnetic metal powder 100 weight section, respectively.

- Abrasives : it is [0017] below 2 weight sections especially below 1 - 20 weight section, especially 3-15 weight section, carbon black:0.5-10 weight section and lubricant:1 - 10 weight section and the curing agent:5 weight section. Next, when a lower layer is explained, the magnetic layer containing magnetic powder is sufficient as a lower layer, or the nonmagnetic layer which does not contain magnetic powder is sufficient as it. Moreover, a lower layer does not ask ** which is not that it is magnetism, but contains nonmagnetic powder, lubricant, curing agents, etc. as a binder, and abrasives and an antistatic agent, such as carbon black. It is the same as that of the component concerned contained in the upper magnetic layer about the detail of these components. Furthermore, a lower layer contains nonmagnetic fillers, such as nonmagnetic ferrous oxide (alpha-ferrous oxide), titanium oxide, and a calcium carbonate. The loadings with these desirable components contained in a lower layer are as being the following to the nonmagnetic filler 100 weight section as opposed to the total quantity 100 weight section of ferromagnetic powder and a nonmagnetic filler, respectively (when a lower layer being a nonmagnetic layer) (when a lower layer being a magnetic layer).

- binder: -- 5 - 50 weight section -- especially -- 10-30 weight section and abrasives:1 - 30 weight section -- especially -- 2-18 weight section and carbon black:0.3 - 30 weight section -- especially -- 1-20 weight section and lubricant:1 - 20 weight section -- especially -- below 3 - 10 weight section and the curing agent:12 weight section -- especially -- below 8 weight sections -- [0018] As for especially lower layer thickness, it is desirable from the point of the improvement in the endurance of a magnetic-recording medium, and cupping generating prevention that it is 0.5-2.5 micrometers 0.2-3.0 micrometers.

[0019] When a lower layer is a magnetic layer, as for especially the coercive force of a lower layer [point / of

control of the magnetic properties of the upper magnetic layer], it is desirable that it is 160 - 260 kA/m 135 to 260 kA/m, and, as for saturation magnetic flux density, it is desirable 0.05-0.1T, and that it is especially 0.05-0.08T.

[0020] A lower layer and the upper magnetic layer are formed of spreading of the upper coating for forming the lower layer coating and the upper magnetic layer for forming a lower layer. A lower layer coating and the upper coating are obtained by making the solvent of the specified quantity distribute various above-mentioned components. As a solvent, ketones, an aromatic solvent, a hydrocarbon system solvent, etc. are used preferably.

[0021] As a back coat layer formed in the field side of another side of a base material, the well-known thing used by the magnetic-recording medium can be used. Specifically, the thing of a publication can be used [the 5th column of 41 lines of JP,9-35246,A - column / of four lines / 9th]. As for especially the thickness, it is desirable from the point of the improvement in endurance, and cupping generating prevention that it is 0.1-0.7 micrometers 0.05-0.8 micrometers.

[0022] If a base material is an object for magnetic-recording media, it can use a well-known base material and can specifically use [column / 2nd / of 30-42 lines / of JP,9-35246,A] the thing of a publication. Also among these, non-magnetic materials, such as polyethylene terephthalate (PET), polyethylenenaphthalate, and a polyamide, are suitable. As for especially the thickness of a base material, it is desirable that it is 6 micrometers or less 8 micrometers or less because of high-capacity-izing of a magnetic-recording medium. Moreover, an easy-bonding layer may be prepared on the surface of a base material, and an adhesive property with a lower layer or a back coat layer may be raised.

[0023] As for especially the overall thickness of a magnetic-recording medium, it is desirable from high-capacity-izing of a magnetic-recording medium, and the point of reservation of endurance that it is 4-7 micrometers 4-10 micrometers.

[0024] To a degree The outline of the desirable manufacture approach of the magnetic-recording medium of the above-mentioned operation gestalt is explained. First, on a base material, simultaneous multistory spreading of the upper coating and the lower layer coating is carried out with a sentiment-on wet method so that each class may serve as predetermined thickness, and the upper magnetic layer and a lower layer paint film are formed. Subsequently, after performing magnetic field orientation processing to these paint films, it rolls round by performing desiccation processing. The magnetic properties of the upper magnetic layer can be made into a desired thing by controlling the conditions of this magnetic field orientation processing and desiccation processing. Then, calender processing is performed. Furthermore, apply a back coat coating on the field of the opposite hand of a base material, it is made to dry at predetermined temperature, and a back coat layer is formed. Subsequently, aging processing is carried out under 40-80 degrees C for 6 to 100 hours, and a broad magnetic-recording medium original fabric is obtained. And in manufacturing a magnetic tape, for example, along with that longitudinal direction, it judges this original fabric to predetermined width of face.

[0025] As mentioned above, although this invention was explained based on the desirable operation gestalt, in the range which is not restricted to the above-mentioned operation gestalt and does not deviate from the meaning of this invention, various modification is possible for this invention. For example, the magnetic-recording medium of this invention is also applicable also as other magnetic-recording media, such as a magnetic disk like a flexible disk, although it is suitable as magnetic tapes, such as tapes for data logging, such as image voice recording tapes, such as a DVC tape, 8mm video tape, and a DAT tape, DLT, a DDS tape, a 1/4 inch data-cartridge tape, and a data 8mm tape.

[0026]

[Example] Among the following examples, unless it refuses especially, the section and % mean weight section and weight %, respectively.

[0027] [Example 1] (Except for the curing agent), the following combination component was kneaded by the kneader, respectively, subsequently the stirrer distributed it, further, by the sand mill, micro-disperse was

carried out, after filtration and a curing agent were added at the end with the 1-micrometer filter, and the upper coating, lower layer coating, and back coat coating of the following presentation were prepared, respectively.

[0028]

<Combination of the upper coating>, and ferromagnetic powder (table 2 reference) The 100 sections and alpha-alumina (abrasives, mean particle diameter: 70nm) 5 sections and carbon black (mean particle diameter: 20nm) 2 sections and a sulfonate radical content vinyl chloride system copolymer [MR104 (trade name) by the binder and Nippon Zeon] 12 sections and sulfonate radical content polyurethane resin [UR-8300 (trade name) by the binder and Toyobo] 8 sections and butyl stearate (lubricant) 2 sections and the poly isocyanate [KOTONETOL made from a curing agent and Japanese polyurethane industry (trade name), and 75% of solid content] 4 sections and a methyl ethyl ketone The 100 sections and toluene 60 sections and cyclohexanone The 100 sections [0029]

<Combination of a lower layer coating>, needlelike alpha-Fe 2O₃ The 100 sections (a nonmagnetic filler, mean particle diameter: 100nm)

- alpha-alumina (abrasives, mean particle diameter: 70nm) 5 sections and carbon black (mean particle diameter: 20nm) 2 sections and a sulfonate radical content vinyl chloride system copolymer [MR104 (trade name) by the binder and Nippon Zeon] 12 sections and sulfonate radical content polyurethane resin [UR-8300 (trade name) by the binder and Toyobo] 8 sections and butyl stearate (lubricant) 2 sections and the poly isocyanate [a curing agent, KOTONETOL made from Japanese polyurethane industry (trade name), and 75% of solid content] 4 sections and a methyl ethyl ketone The 100 sections and toluene 60 sections and cyclohexanone The 100 sections [0030]

<Combination of a back coat coating>, and carbon black (mean diameter: 28nm) 38 sections and carbon black (mean diameter: 52nm) Two sections - "NIPPORAN 2301" The 50 sections [a trade name, the polyurethane made from Japanese Polyurethane Industry, and 40% of solid content]

- Nitrocellulose The 20 sections (Hercules Powder Co. thing for viscosity display 1 / 2 seconds of make)

- The poly isocyanate (75% of solid content) 4 sections and a copper phthalocyanine 5 sections and stearin acid 2 sections and a methyl ethyl ketone The 120 sections and toluene The 120 sections and cyclohexanone The 120 sections [0031] On the base material which consists of a PET film with a thickness of 4 micrometers, simultaneous multistory spreading was performed in the die coating machine, and each paint film was formed so that lower layer desiccation thickness might serve as a value to which the desiccation thickness of 1.5 micrometers and the upper magnetic layer shows a lower layer coating and the upper coating in a table 1. Subsequently, it rolled round, after having passed the inside of a 400kA [A/m] solenoid, performing magnetic field orientation processing and carrying out hot air drying at further 30-100 degrees C, while these paint films were in the damp or wet condition. The air capacity after solenoid passage was adjusted so that a magnetic field orientation condition might not change during the desiccation processing after solenoid passage. Subsequently, performed calender processing on condition that 80 degrees C and 2940 N/cm, applied the back coat coating on the rear face of a base material further, it was made to dry at 90 degrees C, and the back coat layer with a thickness of 0.5 micrometers was formed. Then, aging processing was carried out at 50 degrees C for 16 hours, it judged to 3.81mm width of face, and the magnetic tape was obtained.

[0032] [Examples 2-4 and examples 1-3 of a comparison] The magnetic tape was obtained like the example 1 except carrying out as the class of ferromagnetic powder blended with the upper magnetic layer and the thickness of the upper magnetic layer are shown in a table 1.

[0033] [Example 5] It replaced with the alpha-Fe 2 O₃ 100 needlelike section blended with the lower layer coating in the example 1, and the magnetic tape was obtained like the example 1 except blending the hexagon-head tabular barium ferrite E50 section shown in this alpha-Fe 2 O₃ 50 section and table 2. The lower layer magnetic properties of this magnetic tape were coercive force 234 kA/m, saturation magnetic flux density

0.06T, and SFD0.3.

[0034] [Performance evaluation] In order to evaluate the engine performance of the magnetic tape obtained in the example and the example of a comparison, S/N and the preservation property of a magnetic tape were measured by the following approach in the magnetic properties and the surface roughness Ra list of the upper magnetic layer. The result is shown in a table 1.

[0035] The <magnetic-properties> magnetic tape was pierced in the predetermined dimension, and it measured in external magnetic field 1194 kA/m using Toei Industry VSM. However, about the magnetic tape of an example 5, the object which applied only the upper coating on the PET film independently, and was obtained by the same actuation as an example 5 was measured.

[0036] With the <surface roughness Ra> optical surface roughness meter (the product made from Zygo, type Maxim and 3D5700), the 40 times as many FIZO lens as this was used, Cylinder amendment was carried out, five points were measured and the average was set to surface roughness Ra.

[0037] The <S/N> width of recording track measured the playback output of the signal recorded by recording density 75,100,125,150kfc/i using the drum circuit tester having the compound-die head with which the width of recording track was [gap length] united with about 0.2-micrometer head for record, and about 0.2-micrometer MR reproducing head was [gap length] united by about 10 micrometers with about 5 micrometers. The measurement result was made into the relative value on the basis of the example 2 of a comparison.

[0038] After saving a <preservation property> magnetic tape for seven days under the environment of 60-degree-C90%RH, the residual magnetic flux density (Br) was measured, and Br decreasing rate was computed from the following formula. Br decreasing rate means that a preservation property is so good that the value is small.

It is $Br \times 100$ [0039] before Br decreasing rate (%) = (after [Br] front [preservation] Br-preservation) / preservation.

[A table 1]

		上 層 磁 性 層						磁 気 テ ー プ S/N (dB)				保存特性	
		強磁性粉末 (表2参照)	Hc (kA/m)	Br (T)	厚みδ (μm)	Brδ (Tμm)	Sq (長手)	表面粗さ Ra (nm)	75 kfc	100 kfc	125 kfc	150 kfc	Br低下率 %
実 施 例	1	メタル A	199	0.38	0.10	0.038	0.91	5	1	4	7	8	-1.5
	2	メタル B	175	0.37	0.10	0.037	0.90	5	1	3.5	6	7.5	-1.5
	3	バウムライト E	234	0.13	0.20	0.026	0.90	5	1	5	8	9	0
	4	バウムライト E	234	0.13	0.05	0.0065	0.90	5	0	5	8	10	0
	5	メタル A	199	0.38	0.10	0.038	0.91	5	2	5	8	10	-1.5
比 較 例	1	メタル C	175	0.39	0.10	0.039	0.93	5	1	2	3	4	-5.0
	2	メタル D	151	0.37	0.25	0.0925	0.91	5	0	0	0	0	-9.0
	3	バウムライト F	143	0.11	0.30	0.033	0.75	5	-3	-2	-1	0	0

[0040]

[A table 2]

	強磁性粉末 種 類	平均粒径 (μm)	H _c (kA/m)	σ_s (Am ² /kg)	BET (m ² /g)	Co/Fe 原子%
メタル A	針状鉄系金属粉末	0.085	191	140	50	30
メタル B		0.060	171	135	60	30
メタル C		0.120	167	150	45	10
メタル D		0.180	139	130	60	0
ウムフェライト E	板状六方晶系バリ	0.020	231	47	70	—
ウムフェライト F	ウムフェライト粉末	0.020	139	50	50	

[0041] The magnetic tape of an example (this invention article) has a high S/N value at the time of the playback of a signal by which high density record was carried out as compared with the magnetic tape of the example of a comparison, and it turns out that it is suitable for high density record so that clearly from the result shown in a table 1. Moreover, the magnetic tape of examples 1, 2, and 5 using the ferromagnetic metal powder which contains Co more than the amount of specification as ferromagnetic powder is understood that a preservation property is good as compared with the magnetic tape of the examples 1 and 2 of a comparison.

[0042]

[Effect of the Invention] As mentioned above, according to this invention, the magnetic-recording medium of the spreading mold which can attain high density record is offered as explained in full detail. Especially the magnetic-recording medium of this invention has the high effectiveness of high density record, when magnetic-recording information is reproduced by the reproducing head using a magneto-resistive effect mold component.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3046579号
(P3046579)

(45)発行日 平成12年 5 月29日 (2000. 5. 29)

(24)登録日 平成12年 3 月17日 (2000. 3. 17)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

G 1 1 B 5/70
5/708

G 1 1 B 5/70
5/708

請求項の数 3 (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平10-203984

(22)出願日 平成10年 7 月17日 (1998. 7. 17)

(65)公開番号 特開2000-40217(P2000-40217A)

(43)公開日 平成12年 2 月 8 日 (2000. 2. 8)

審査請求日 平成11年 1 月14日 (1999. 1. 14)

(73)特許権者 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目14番10
号

(72)発明者 佐々木 賢二

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式
会社研究所内

(72)発明者 遠藤 克巳

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式
会社研究所内

(72)発明者 石井 たかし

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式
会社研究所内

(74)代理人 100076532

弁理士 羽鳥 修 (外 1 名)

審査官 広岡 浩平

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】 支持体上に下層を設け、その上に強磁性粉末及び非磁性粉末を結合剤中に分散させてなる上層磁性層を設けた磁気記録媒体において、

上記上層磁性層の厚みを $0.2 \mu\text{m}$ 以下、該上層磁性層の残留磁束密度と該上層磁性層の厚みとの積を $0.005 \sim 0.045 \text{ T} \mu\text{m}$ 、該上層磁性層の保磁力を $170 \sim 280 \text{ kA/m}$ とし、

上記強磁性粉末として平均粒径が $0.01 \sim 0.12 \mu\text{m}$ のものを用い、且つ上記非磁性粉末として平均粒径が上記上層磁性層の厚みの $1/10$ 以上で且つ $0.1 \mu\text{m}$ 以下のものを用いた磁気記録媒体。

【請求項 2】 磁気抵抗効果型素子を利用した再生ヘッドによって磁気記録情報が再生される請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】 上記強磁性粉末が、コバルトを含有する鉄系強磁性金属粉末であり、コバルト／鉄が $20 \sim 40$ 原子％である請求項 1 又は 2 記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、高密度記録に適した磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 磁気記録再生装置では、大容量化、高速転送化、小型化に伴い、より一層の高記録密度化が要求されている。これに対応するため磁気記録媒体では、高保磁力化、薄膜化、高平滑化により記録密度を向上させる試みが成されている。しかし、このような試みによる高密度化はほぼ限界に達している。

【0003】一方、磁気記録再生装置側では、従来の誘導型磁気ヘッドの代わりに磁気抵抗効果型ヘッドにより再生を行い、再生感度を向上させる試みが行われている。磁気抵抗効果型ヘッドは、ヘッドに入る磁束量によって出力が決まるため少ない磁束量で十分な出力が得られるという特徴があり、実際にハードディスク装置では実用化されている。しかし、ハードディスク装置で用いられている金属薄膜型磁気記録媒体では、高周波記録した際に磁化反転部分において粒子間相互作用により磁性粒の磁化の向きが揺らぎ、磁化転移の境界がのこぎり歯状になり、それが原因で変調ノイズが発生するため、線記録密度の向上には限界がある。これに対し、磁性粉末を結合剤に分散させた塗布型磁気記録媒体では磁性粉末一個一個が単一の磁区を形成し、また結合剤で磁性粉末が分離されているため、粒子間相互作用が小さく、上記の変調ノイズが発生しにくい。また、磁気抵抗効果型ヘッドは再生感度が高いため残留磁化量の小さい磁気記録媒体、即ち塗布型の磁気記録媒体でも高密度記録再生ができる可能性がある。

【0004】塗布型の磁気記録媒体に記録された信号を磁気抵抗効果型ヘッドを用いて再生する技術としては例えば特開平6-342515号公報に記載のものが知られている。しかし、この公報に記載の磁気記録媒体は単層型のもので、しかも磁性層の厚みが大きいので、現在の要請に応え得るに足る十分な高記録密度を達成していない。

【0005】

【課題を解決するための手段】従って本発明は、高密度記録を達成し得る塗布型の磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0006】本発明者らは、重層塗布型の磁気記録媒体における上層磁性層の厚み、残留磁束密度と厚みとの積及び保磁力を特定の範囲内とし、更に上層磁性層に含まれる強磁性粉末及び非磁性粉末の平均粒径を特定の範囲内とすることにより上記目的が達成されること知見した。

【0007】本発明は上記知見に基づきなされたもので、支持体上に下層を設け、その上に強磁性粉末及び非磁性粉末を結合剤中に分散させてなる上層磁性層を設けた磁気記録媒体において、上記上層磁性層の厚みを $0.2\mu\text{m}$ 以下、該上層磁性層の残留磁束密度と該上層磁性層の厚みとの積を $0.005\sim 0.045\text{T}\mu\text{m}$ 、該上層磁性層の保磁力を $170\sim 280\text{kA/m}$ とし、上記強磁性粉末として平均粒径が $0.01\sim 0.12\mu\text{m}$ のものをを用い、且つ上記非磁性粉末として平均粒径が上記上層磁性層の厚みの $1/10$ 以上で且つ $0.1\mu\text{m}$ 以下のものをを用いた磁気記録媒体を提供することにより上記目的を達成したものである。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の磁気記録媒体の好

ましい実施形態を説明する。本実施形態の磁気記録媒体においては、支持体の一面上に下層及び該下層に隣接して最上層としての上層磁性層がそれぞれ設けられ、更に支持体の他面上にバックコート層が設けられている。

【0009】上層磁性層は強磁性粉末及び非磁性粉末が結合剤中に分散されて形成されている。そして、上層磁性層は、その残留磁束密度 B_r とその厚み δ との積（以下、この積を $B_r\delta$ という）が $0.005\sim 0.045\text{T}\mu\text{m}$ 、好ましくは $0.005\sim 0.038\text{T}\mu\text{m}$ 、更に好ましくは $0.005\sim 0.03\text{T}\mu\text{m}$ となっている。この条件と後述する他の条件と組み合わせることによって、高密度記録が可能となる。 $B_r\delta$ は上層磁性層の磁束量の尺度となるものであり、この値が $0.045\text{T}\mu\text{m}$ 超であるとヘッド磁界が飽和して高密度記録が出来なくなる。これは特に磁気抵抗効果型素子を利用したヘッド（以下、MRヘッドという）によって磁気記録情報を再生する場合に顕著である。また、磁束量が大きくなり過ぎ反磁界の影響が大きくなり高密度記録ができない。一方、 $B_r\delta$ の値が $0.005\text{T}\mu\text{m}$ 未満では磁束量が小さくなり過ぎ十分な再生出力が得られない。 $B_r\delta$ の値は上層磁性層の厚み δ の値に依存することから、この δ の値を調整することによって $B_r\delta$ の値を上記範囲内にすることができるが、 δ の値は $0.2\mu\text{m}$ 以下とする必要がある。 δ の値が $0.2\mu\text{m}$ 以上であると、高周波記録の際に反磁界の影響が大きくなり十分な入出力特性が得られなくなってしまうからである。 δ の値は $0.01\sim 0.2\mu\text{m}$ 、特に $0.01\sim 0.15\mu\text{m}$ であることが好ましい。また、 $B_r\delta$ の値は上層磁性層の残留磁束密度 B_r の値にも依存し、好ましい B_r の値は、 $0.1\sim 0.5\text{T}$ 、特に $0.12\sim 0.45\text{T}$ である。尚、 B_r の値は上層磁性層中の強磁性粉末のパッキング性に影響されるもので、 B_r の値が上記範囲であると強磁性粉末のパッキング状態が良好となり、結果として高 S/N 、高耐久性が両立される。

【0010】上述の通り本発明においては δ の値を $0.2\mu\text{m}$ 以下として且つ $B_r\delta$ の値を $0.005\text{T}\mu\text{m}$ 以上 $0.045\text{T}\mu\text{m}$ 以下とする必要がある。しかし、これによって最小記録ビット体積が小さくなり S/N が低下する問題が生じる場合がある。この S/N の低下を生じさせないためには最小記録ビット体積内に存在する強磁性粉末の個数を増加させる必要がある。この目的のために、本発明においては強磁性粉末として小粒径のもの、具体的には平均粒径が $0.01\sim 0.12\mu\text{m}$ のものをを用いる。強磁性粉末の平均粒径が $0.12\mu\text{m}$ 超であると、最小記録ビット体積内に存在する強磁性粉末の個数を増加させることが困難となり、 S/N の低下が生じる。一方、強磁性粉末の平均粒径が $0.01\mu\text{m}$ 未満であると、強磁性粉末の分散性が低下し、高出力を得ることができない。また、強磁性粉末の平均粒径を上記範囲内とすることにより、強磁性粉末の粒子形状のばらつ

きに起因する保磁力分布のばらつきの発生、ひいては変調ノイズの発生を防止することができる。強磁性粉末の好ましい平均粒径は0.02~0.10である。本明細書において粉末の粒径とは、該粉末が磁性であると非磁性であるとを問わず、粉末形状が針状又は紡錘状である場合は長軸長を意味し、板状である場合は板径を意味する。また、球状である場合は直径を意味し、無定形である場合は最も長い部分の長さを意味する。

【0011】また、本発明においては、線記録密度向上の妨げとなる磁化反転領域における反磁界の発生を防止して記録密度を向上させるために、上層磁性層の保磁力 H_c を170~280kA/m、好ましくは170~240kA/mとする。線記録密度の向上は、トラック幅を小さくできるMRヘッドによって磁気記録情報を再生する場合に特に有利である。上層磁性層の保磁力を上記範囲内とするためには、例えば強磁性粉末として上述したものをを用いたり、上層磁性層形成の際の磁場配向条件をコントロールする等の方法が用いられる。

【0012】上層磁性層に含有される強磁性粉末としては、例えば針状または紡錘状の強磁性粉末および板状の強磁性粉末を用いることができる。針状または紡錘状の強磁性粉末としては、鉄を主体とする強磁性金属粉末や強磁性酸化鉄系粉末などが挙げられる。板状の強磁性粉末としては、強磁性六方晶系フェライト粉末などが挙げられる。

【0013】強磁性金属粉末としては、金属分が40重量%以上であり、該金属分の40%以上が鉄である鉄系強磁性金属粉末が挙げられる。強磁性金属粉末の具体例としては、特開平9-35246号公報の第3欄42~44行に記載のもの等が挙げられる。この強磁性金属粉末の保磁力 H_c は150~200kA/m、飽和磁化 σ_s は100~170Am²/kg、BET比表面積は40~70m²/gであることが好ましい。強磁性六方晶系フェライト粉末としては、例えば特開平9-35246号公報の第4欄1~5行に記載の微小平板状バリウムフェライト粉末が挙げられる。この強磁性六方晶系フェライト粉末の保磁力 H_c は135~260kA/m、飽和磁化 σ_s は27~72Am²/kg、BET比表面積は30~70m²/gであることが好ましい。本発明においては上層磁性層の厚みが0.2μm以下と小さいため、酸化による劣化防止の観点から、上記の鉄系強磁性金属粉末はコバルトを含有することが好ましい。特にコバルト/鉄が20~40原子%となるようにコバルトを含有することが好ましい。

【0014】上層磁性層には、強磁性粉末の他に粉末成分として非磁性粉末が含有されている。非磁性粉末としてはα-アルミナ及び酸化クロム等のモース硬度が7以上の物質の粉末からなる研磨材や帯電防止剤としてのカーボンブラック等の非磁性粉末が用いられる。これらの非磁性粉末は、その平均粒径が上層磁性層の厚み δ の1

／10以上で且つ0.1μm以下である。二種以上の非磁性粉末が用いられる場合には、それぞれの粉末の平均粒径を上記の範囲内とする。平均粒径が0.1μm以上であると、特にMRヘッドを用いて再生した場合に、媒体表面の突起とヘッドとの接触により発生した摺動熱によってMRヘッドの温度が上昇し、抵抗値が変動してノイズが発生するいわゆるサーマルアスペリティの問題が生ずる。一方、平均粒径が磁性層の厚み δ の1／10未満であるとヘッドの目詰まりや走行性の低下の問題が生ずる。平均粒径の好ましい範囲は上層磁性層の厚み δ の1／6以上で且つ0.08μm以下である。

【0015】上記強磁性粉末及び非磁性粉末と共に上層磁性層に含有される結合剤としては、例えば特開平9-35246号公報の第4欄第25~32行に記載のものが挙げられる。これらのうち、分子内に硫酸塩基、スルホン酸塩基、エポキシ基、水酸基又はカルボキシル塩基等の極性基を有するポリウレタン樹脂および塩化ビニル系共重合体ならびにニトロセルロース系樹脂が好適に使用される。結合剤の配合量は、強磁性粉末100重量部に対して5~30重量部であることが好ましい。特に、ポリウレタン樹脂と塩化ビニル系共重合体とを併用し且つ両者の比率（前者／後者）を20／80~70／30とすることが好ましい。

【0016】上述の成分の他に、脂肪酸や脂肪酸エステル等の潤滑剤、イソシアネート系化合物等の硬化剤などを上層磁性層に含有させることにより、磁気記録媒体の性能を一層向上させることができる。これらの成分並びに上述した非磁性粉末としての研磨材及びカーボンブラックの好ましい配合量は、強磁性金属粉末100重量部に対してそれぞれ以下の通りである。

- ・研磨材：1~20重量部、特に3~15重量部
- ・カーボンブラック：0.5~10重量部
- ・潤滑剤：1~10重量部
- ・硬化剤：5重量部以下、特に2重量部以下

【0017】次に下層について説明すると、下層は磁性粉末を含む磁性の層でもよく或いは磁性粉末を含まない非磁性の層でもよい。また下層は、磁性であるとないとを問わず、結合剤、研磨材や帯電防止剤としてのカーボンブラック等の非磁性粉末、潤滑剤及び硬化剤などを含む。これらの成分の詳細に関しては上層磁性層に含まれる当該成分と同様である。更に下層は、非磁性の酸化鉄（α-酸化鉄）、酸化チタン、炭酸カルシウム等の非磁性フィラーを含む。下層に含まれるこれらの成分の好ましい配合量は、強磁性粉末及び非磁性フィラーの合計量100重量部に対して（下層が磁性の層である場合）、又は非磁性フィラー100重量部に対して（下層が非磁性の層である場合）、それぞれ以下の通りである。

- ・結合剤：5~50重量部、特に10~30重量部
- ・研磨材：1~30重量部、特に2~18重量部
- ・カーボンブラック：0.3~30重量部、特に1~2

0重量部

- ・潤滑剤：1～20重量部、特に3～10重量部
- ・硬化剤：12重量部以下、特に8重量部以下

【0018】下層の厚みは、磁気記録媒体の耐久性の向上及びカッピング発生防止の点から0.2～3.0 μ m、特に0.5～2.5 μ mであることが好ましい。

【0019】下層が磁性の層である場合、上層磁性層の磁気特性のコントロールの点から、下層の保磁力は135～260kA/m、特に160～260kA/mであることが好ましく、飽和磁束密度は0.05～0.1T、特に0.05～0.08Tであることが好ましい。

【0020】下層及び上層磁性層は、下層を形成するための下層塗料及び上層磁性層を形成するための上層塗料の塗布によって形成される。下層塗料及び上層塗料は、上述の各種成分を所定量の溶剤に分散させることにより得られる。溶剤としては、ケトン系溶剤、芳香族系溶剤、炭化水素系溶剤等が好ましく用いられる。

【0021】支持体の他方の側面に形成されるバックコート層としては、磁気記録媒体で用いられる公知のものが使用できる。具体的には、例えば特開平9-35246号公報の第5欄41行～第9欄4行に記載のものが使用できる。その厚みは0.05～0.8 μ m、特に0.1～0.7 μ mであることが、耐久性の向上及びカッピング発生防止の点から好ましい。

【0022】支持体は磁気記録媒体用であれば公知の支持体で使用でき、具体的には特開平9-35246号公報の第2欄30～42行に記載のものが使用できる。これらのうちでも、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリエチレンナフタレート、ポリアミド等の非磁性材料が好適である。支持体の厚みは、8 μ m以下、特に6 μ m以下であることが、磁気記録媒体の高容量化のために好ましい。また、支持体の表面に易接着層を設け、下層やバックコート層との接着性を高めてもよい。

【0023】磁気記録媒体の全厚は、磁気記録媒体の高容量化及び耐久性の確保の点から4～10 μ m、特に4～7 μ mであることが好ましい。

<上層塗料の配合>

・強磁性粉末（表2参照）	100部
・ α -アルミナ（研磨材、平均粒径：70nm）	5部
・カーボンブラック（平均粒径：20nm）	2部
・スルホン酸塩基含有塩化ビニル系共重合体〔結合剤、日本ゼオン製のMR104（商品名）〕	12部
・スルホン酸塩基含有ポリウレタン樹脂〔結合剤、東洋紡製のUR-8300（商品名）〕	8部
・ブチルステアレート（潤滑剤）	2部
・ポリイソシアネート〔硬化剤、日本ポリウレタン工業製のコトネットL（商品名）、固形分75%〕	4部
・メチルエチルケトン	100部
・トルエン	60部
・シクロヘキサノン	100部

【0024】次に 上記実施形態の磁気記録媒体の好ましい製造方法の概略を説明する。まず、支持体上に上層塗料と下層塗料とを、各層が所定の厚みとなるようにウェット・オン・ウェット方式により同時重層塗布し、上層磁性層および下層の塗膜を形成する。次いで、これらの塗膜に対して磁場配向処理を行った後に乾燥処理を行い巻き取る。この磁場配向処理および乾燥処理の条件をコントロールすることで、上層磁性層の磁気特性を所望のものとするができる。この後、カレンダー処理を行う。更に、支持体の反対側の面上にバックコート塗料を塗布し所定温度で乾燥させてバックコート層を形成する。次いで、40～80℃下で6～100時間エージング処理し、幅広の磁気記録媒体原反を得る。そして、例えば磁気テープを製造する場合には、この原反をその長手方向に沿って所定幅に裁断する。

【0025】以上、本発明をその好ましい実施形態に基づき説明したが、本発明は上記実施形態に制限されず、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更が可能である。例えば本発明の磁気記録媒体は、DVCテープや8mmビデオテープやDATテープなどの画像音声記録用テープ、DLT、DDSテープ、1/4インチデータカートリッジテープ、データ8mmテープなどのデータ記録用テープ等の磁気テープとして好適であるが、フレキシブルディスクのような磁気ディスク等の他の磁気記録媒体としても適用することもできる。

【0026】

【実施例】以下の例中、特に断らない限り部及び%はそれぞれ重量部及び重量%を意味する。

【0027】〔実施例1〕下記の配合成分を（硬化剤を除く）を、それぞれニーダーにて混練し、次いで攪拌器にて分散し、更にサンドミルによって微分散し、1 μ mのフィルターにて濾過後、硬化剤を最後に添加して下記組成の上層塗料、下層塗料及びバックコート塗料をそれぞれ調製した。

【0028】

【0029】

<下層塗料の配合>

・針状の $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	100部
(非磁性フィラー、平均粒径: 100nm)	
・ α -アルミナ (研磨材、平均粒径: 70nm)	5部
・カーボンブラック (平均粒径: 20nm)	2部
・スルホン酸塩基含有塩化ビニル系共重合体〔結合剤、日本ゼオン製のMR104 (商品名)〕	12部
・スルホン酸塩基含有ポリウレタン樹脂〔結合剤、東洋紡製のUR-8300 (商品名)〕	8部
・ブチルステアレート (潤滑剤)	2部
・ポリイソシアネート〔硬化剤、日本ポリウレタン工業製コトネートL (商品名)〕、固形分75%〕	4部
・メチルエチルケトン	100部
・トルエン	60部
・シクロヘキサノン	100部

【0030】

<バックコート塗料の配合>

・カーボンブラック (平均粒径: 28nm)	38部
・カーボンブラック (平均粒径: 52nm)	2部
・「ニッポラン2301」	50部
〔商品名、日本ポリウレタン工業 (株) 製のポリウレタン、固形分40%〕	
・ニトロセルロース	20部
(Hercules Powder Co. 製の粘度表示1/2秒のもの)	
・ポリイソシアネート (固形分75%)	4部
・銅フタロシアニン	5部
・ステアリン酸	2部
・メチルエチルケトン	120部
・トルエン	120部
・シクロヘキサノン	120部

【0031】厚さ4 μm のPETフィルムからなる支持体上に、下層塗料及び上層塗料を、下層の乾燥厚さが1.5 μm 及び上層磁性層の乾燥厚さが表1に示す値となるように、ダイコーターにて同時重層塗布を行い、それぞれの塗膜を形成した。次いで、これらの塗膜が湿润状態にある間に400kA/mのソレノイド中を通過させて磁場配向処理を行い、更に30~100℃にて熱風乾燥させた後、巻き取った。ソレノイド通過後の乾燥処理中に磁場配向状態が変化しないようにソレノイド通過後の風量を調整した。次いで80℃、2940N/cmの条件でカレンダー処理を行い、更に支持体の裏面上にバックコート塗料を塗布し90℃で乾燥させて厚さ0.5 μm のバックコート層を形成した。その後、50℃で16時間エージング処理し、3.81mm幅に裁断して磁気テープを得た。

【0032】〔実施例2~4及び比較例1~3〕上層磁性層に配合する強磁性粉末の種類及び上層磁性層の厚みを表1に示す通りとする以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。

【0033】〔実施例5〕実施例1において下層塗料に

配合した針状の $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 100部に代えて、この $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 50部及び表2に示す六角板状バリウムフェライトE50部を配合する以外は実施例1と同様にして磁気テープを得た。この磁気テープの下層の磁気特性は、保磁力234kA/m、飽和磁束密度0.06T、SFD0.3であった。

【0034】〔性能評価〕実施例及び比較例で得られた磁気テープの性能を評価するため、下記の方法により上層磁性層の磁気特性及び表面粗さRa並びに磁気テープのS/N及び保存特性を測定した。その結果を表1に示す。

【0035】<磁気特性>磁気テープを所定寸法に打ち抜き、東英工業製VSMを用い外部磁場1194kA/mにて測定した。但し、実施例5の磁気テープについては実施例5と同様の操作で上層塗料のみを別にPETフィルム上に塗布して得られた物を測定した。

【0036】<表面粗さRa>光学式表面粗さ計(Zygo社製、型式Maxim・3D5700)により、フイゾーレンズ40倍を使用し、Cylinder補正をして5点測定し、その平均値を表面粗さRaとした。

【0037】＜S/N＞トラック幅が約10 μ mでギャップ長が約0.2 μ mの記録用ヘッドと、トラック幅が約5 μ mでギャップ長が約0.2 μ mのMR再生ヘッドとが一体となった複合型ヘッドを備えたドラムテスターを用い、記録密度75、100、125、150kfcで記録された信号の再生出力を測定した。測定結果は比較例2を基準とした相対値とした。

【0038】＜保存特性＞磁気テープを60℃90%R

Hの環境下に7日間保存した後にその残留磁束密度（Br）を測定し、Br低下率を下記式から算出した。Br低下率はその値が小さいほど保存特性が良いことを意味する。

$$\text{Br 低下率 (\%)} = (\text{保存前 Br} - \text{保存後 Br}) / \text{保存前 Br} \times 100$$

【0039】

【表1】

		上 層 磁 性 層							磁 気 テ ー プ S/N (dB)				保存特性
		強磁性粉末 (表2参照)	Hc (kA/m)	Br (T)	厚み δ (μ m)	Br δ (T μ m)	Sq (長手)	表面粗さ Ra (nm)	75 kfc	100 kfc	125 kfc	150 kfc	Br低下率 %
実 施 例	1	メタル A	199	0.38	0.10	0.038	0.91	5	1	4	7	8	-1.5
	2	メタル B	175	0.37	0.10	0.037	0.90	5	1	3.5	6	7.5	-1.5
	3	バウムフェライト E	234	0.13	0.20	0.026	0.90	5	1	5	8	9	0
	4	バウムフェライト E	234	0.13	0.05	0.0065	0.90	5	0	5	8	10	0
	5	メタル A	199	0.38	0.10	0.038	0.91	5	2	5	8	10	-1.5
比 較 例	1	メタル C	175	0.39	0.10	0.039	0.93	5	1	2	3	4	-5.0
	2	メタル D	151	0.37	0.25	0.0925	0.91	5	0	0	0	0	-9.0
	3	バウムフェライト F	143	0.11	0.30	0.033	0.75	5	-3	-2	-1	0	0

【0040】

【表2】

	強磁性粉末 種 類	平均粒径 (μ m)	Hc (kA/m)	σ_s (Am ² /kg)	BET (m ² /g)	Co/Fe 原子%
メタル A	針状鉄系金属粉末	0.085	191	140	50	30
メタル B		0.060	171	135	60	30
メタル C		0.120	167	150	45	10
メタル D		0.180	139	130	60	0
バウムフェライト E	板状六方晶系バリ	0.020	231	47	70	—
バウムフェライト F	ウムフェライト粉末	0.020	139	50	50	

【0041】表1に示す結果から明らかなように、実施例（本発明品）の磁気テープは、高密度記録された信号の再生時のS/N値が比較例の磁気テープに比して高く、高密度記録に適したものであることが判る。また、強磁性粉末としてCoを特定量以上含有する強磁性金属粉末を用いた実施例1、2、5の磁気テープは、比較例1及び2の磁気テープに比して保存特性が良好であるこ

とが判る。

【0042】

【発明の効果】以上、詳述した通り、本発明によれば、高密度記録を達成し得る塗布型の磁気記録媒体が提供される。本発明の磁気記録媒体は、特に、磁気抵抗効果型素子を利用した再生ヘッドによって磁気記録情報が再生される場合に高密度記録の効果が高い。

フロントページの続き

(56) 参考文献 特開 平7-182646 (J P, A)
 特開 平10-162345 (J P, A)
 特開 平11-238225 (J P, A)

(58) 調査した分野(Int. Cl. 7, D B 名)
 G11B 5/70
 G11B 5/708

【管理番号】第1043248号

【総通号数】第21号

(19)【発行国】日本国特許庁(JP)

(12)【公報種別】特許決定公報

【発行日】平成13年9月28日(2001.9.28)

【種別】異議の決定

【異議申立番号】異議2000-74301(P2000-74301/J7)

【異議申立日】平成12年11月29日(2000.11.29)

【確定日】平成13年7月30日(2001.7.30)

【審決分類】

P1651.113-Z (G11B)

P1651.121-Z (G11B)

P1651.161-Z (G11B)

P1651.536-Z (G11B)

P1651.537-Z (G11B)

【異議申立件数】2

(73)【権利者】

【氏名又は名称】富士写真フイルム株式会社

【住所又は居所】神奈川県南足柄市中沼210番地

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】野口 恭弘

【異議申立人】

【氏名又は名称】ソニー株式会社

【住所又は居所】東京都品川区北品川6丁目7番35号

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】小池 晃

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】田村 榮一

(74)【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】伊賀 誠司

【事件の表示】

特許第3046579号「磁気記録媒体」の請求項1ないし3に係る特許に対する特許異議の申立てについて、次のとおり決定する。

【結 論】

特許第3046579号の請求項1ないし3に係る特許を取り消す。

【理 由】

本件特許第3046579号は、特許査定時の明細書及び図面の記載から見て、その特許請求の範囲に記載されたとおりのものであると認める。

これに対して、平成13年2月23日付けで取消理由を通知し、期間を指定して意見書を提出する機会を与えたが、特許権者からは何らの応答もない。

そして、上記の取消理由は妥当なものと認められるので、本件特許は、この取消理由によって取り消すべきものである。

よって、結論のとおり決定する。

【異議決定日】平成13年6月13日(2001.6.13)

【審判長】【特許庁審判官】麻野 耕一

【特許庁審判官】田良島 潔

【特許庁審判官】川上 美秀

(21) 【出願番号】特願平10-203984

(22) 【出願日】平成10年7月17日(1998. 7. 17)

(54) 【発明の名称】磁気記録媒体

(51) 【国際特許分類】

G11B 5/70

G11B 5/708

(65) 【公開番号】特開2000-40217(P2000-40217)

(43) 【公開日】平成12年2月8日(2000. 2. 8)

(11) 【特許番号】特許第3046579号(P3046579)

(24) 【登録日】平成12年3月17日(2000. 3. 17)

【最終処分】取消

【決定時の請求項数(発明の数)】3

【前審関与審査官】山下 達也